

Аналогично проведены реакции пиразола I с 1,1,1-триметилгидразинийхлоридом (II) и -бромидом (III). Выходы 5-аминопиразола V 12 и 13% соответственно. Выделить непрореагировавший 1-метил-4-нитропиразол I или какие-либо другие продукты реакции не удается, так как происходит сильное осмоление реакционной смеси.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта № 98-03-32899 РФФИ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шевелев С. А., Виноградов В. М., Далингер И. Л., Черкасова Т. И. // Изв. АН. Сер. хим. — 1993. — Т. 11. — С. 1945.
2. Dorm H., Dilcher H. // Lieb. Ann. Chem. — 1967. — Bd 707. — S. 141.
3. Шевелев С. А., Далингер И. Л. // ЖОрХ. — 1998. — Т. 34. — С. 1127.
4. Перевалов В. П., Барышненкова Л. И., Андреева М. А., Манаев Ю. А., Денисова И. А., Степанов Б. И., Серая В. И. // ХГС. — 1983. — № 12. — С. 1672.
5. Khan M. A., Lynch B. M. // Can. J. Chem. — 1971. — Vol. 49. — P. 3566.
6. Vinogradov V. M., Dalinger I. L., Shevelev S. A. // Mendeleev Commun. — 1993. — N 3. — P. 111.
7. Pagoria P. F., Mitchel A. R., Schmidt R. D. // J. Org. Chem. — 1996. — Vol. 61. — P. 2934.

В. А. Лопырев, В. Н. Елохина, О. В. Крылова,
А. С. Нахманович, Л. И. Ларина, М. С. Сорокин,
А. И. Вокин

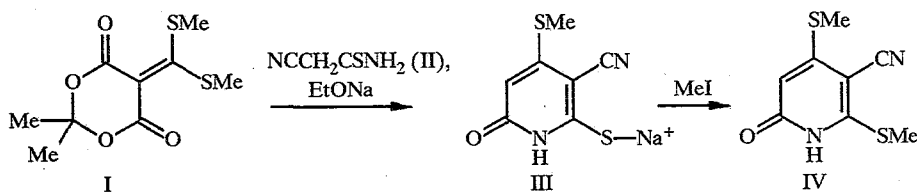
Иркутский институт химии СО РАН,
Иркутск 664033, Россия
e-mail: admin@irioc.irk.ru

Поступило в редакцию 21.04.99

ХГС. — 1999. — № 9. — С. 1254

СИНТЕЗ 4-МЕТИЛТИО-2-ОКСО-5-ЦИАНОПИРИДИН-6(1H)-ТИОЛАТА НАТРИЯ И ЕГО АЛКИЛИРОВАНИЕ

Ранее кислота Мелдрума была использована нами для синтеза серосодержащих частично гидрированных пиридонов [1—3]. В данном письме сообщается о возможности получения негидрированных пиридонов взаимодействием ди(метилтио)метилзамещенного кислоты Мелдрума I с цианотиоацетамидом (II) при кипячении в этаноле в присутствии этилата натрия. Синтезированный пиридин-2-тиолат натрия (III) алкилированием иодистым метилом был превращен в соответствующий сульфид IV.



4-Метилтио-2-оксо-5-цианопиридин-6(1H)-тиолат натрия (III). Выход 61%. $T_{пл}$ 340 °С (разл.). ИК спектр: 3390...3540 (NH), 2200 (CN), 1620...1680 cm^{-1} (CO). Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 2,32 (3H, с, SMe); 5,37 (1H, с, C(3)H); 10,61 м. д. (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 38,33; Н 2,11; N 12,94; S 29,02. $C_7H_5NaOS_2$. Вычислено, %: С 38,17; Н 2,29; N 12,72; S 29,12.

4,6-Диметилтио-5-цианопиридин-2(1H)-он (IV). Выход 77%. $T_{пл}$ 270...273 °С. ИК спектр: 3390...3540 (NH), 2200 (CN), 1620...1710 cm^{-1} (CO). Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 2,54 с и 2,58 с (6H, 2SMe); 6,26 (1H, с, C(3)H); 12,0 м. д. (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 45,11; Н 3,95; N 13,42; S 30,13. $C_8H_8N_2OS_2$. Вычислено, %: С 45,26; Н 3,80; N 13,20; S 30,21.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нестеров В. Н., Кривоколыско С. Г., Дяченко В. Д., Доценко В. В., Литвинов В. П. // Изв. АН. Сер. хим. — 1997. — № 5. — С. 1029.
2. Дяченко В. Д., Кривоколыско С. Г., Литвинов В. П. // Изв. АН. Сер. хим. — 1997. — № 10. — С. 1852.
3. Дяченко В. Д., Кривоколыско С. Г., Литвинов В. П. // Изв. АН. Сер. хим. — 1997. — № 11. — С. 2016.

С. Г. Кривоколыско, В. В. Доценко, В. Д. Дяченко,
В. П. Литвинов

Луганский государственный педагогический
университет им. Тараса Шевченко, Луганск 348011,
Украина
e-mail: kgb@lgpi.lugansk.ua

Поступило в редакцию 18.05.99

Институт органической химии им. Н. Д. Зелинского
РАН, Москва 117913, Россия
e-mail: ore@sacr.ioch.ac.ru

ХГС. — 1999. — № 9. — С. 1256

РЕАКЦИЯ 1'-МЕТИЛ-1'4'-ДИГИДРО-2,3'-БИХИНОЛИЛА С ЛИТИЙОРГАНИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ

Ранее [1] мы разработали ряд методов синтеза 1'-алкил-1',4'-дигидро-2,3'-бихинолилов I, что позволяет изучить их свойства. В настоящей работе сообщается о реакции с литийорганическими соединениями.

Нами установлено, что при взаимодействии соединения I с MeLi (1,4 моль/л в эфире) или PhLi (2 моль/л в циклогексане с эфиром) (мольное соотношение 1 : 2,5) в абсолютном ТГФ при комнатной температуре в течение 15 мин (выделение аналогично приведенному в работе [2]) образуются исключительно 1'-метил-2'-R-1',2'-дигидро-2,3'-бихинолилы IIa,б, что хорошо согласуется с механизмом, представленным на схеме.

